

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-078348

(43)Date of publication of application : 22.03.1996

(51)Int.Cl.

H01L 21/205

C30B 25/18

C30B 29/40

(21)Application number : 06-240680

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 08.09.1994

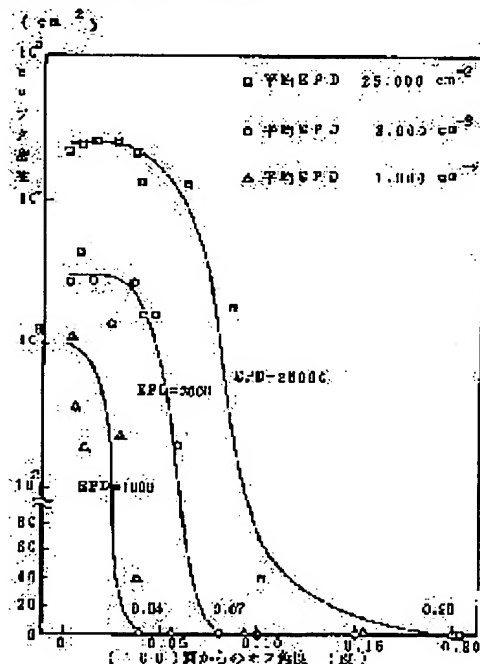
(72)Inventor : OIDA KAZUHIKO
NAKAI RYUUSUKE

(54) EPITAXIAL GROWTH METHOD OF COMPOUND SEMICONDUCTOR AND INP SUBSTRATE FOR IT

(57)Abstract:

PURPOSE: To restrain a hillock from being generated by a method wherein, when a compound-semiconductor thin film is to be epitaxially grown on an InP substrate, a substrate in which the defect density of the InP substrate and an angle of inclination from a criterion plane (100) satisfy a specific expression is used.

CONSTITUTION: When a compound-semiconductor thin film is to be epitaxially grown on an InP substrate, a substrate in which the defect density D of the InP substrate and an angle of inclination from a criterion plane (100) satisfy $T \geq 1.26 \times 10^{-3} D^{1/2}$ is used. At this time, D is expressed by a defect density EPD (cm^{-2}), and T is expressed by an angle ($^{\circ}$). However, the defect density of the substrate is a mean value. Since a defect (a dislocation) is irregular on the face of the substrate, it may be meaningless even when it is expressed by a high significant figure. When a significant figure is small, a first one digit for a proportionality constant is taken, and the angle of inclination is given by $T \geq 1.26 \times 10^{-3} D^{1/2}$. Thereby, it is possible to restrain a hillock from being generated.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-78348

(43) 公開日 平成8年(1996)3月22日

(51) Int. Cl. ⁶

識別記号

F I

H01L 21/205

C30B 25/18

29/40

502

F 9261-4G

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全10頁)

(21) 出願番号 特願平6-240680

(22) 出願日 平成6年(1994)9月8日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 笈田 和彦

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号住友電

気工業株式会社伊丹製作所内

(72) 発明者 中井 龍資

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号住友電

気工業株式会社伊丹製作所内

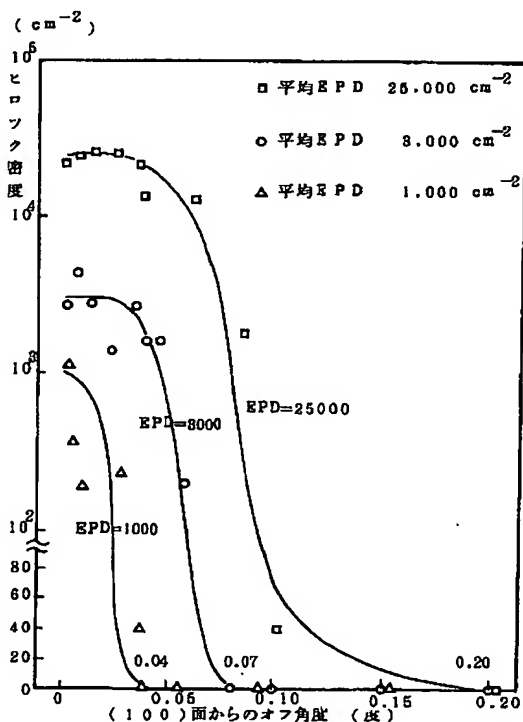
(74) 代理人 弁理士 川瀬 茂樹

(54) 【発明の名称】 化合物半導体エピタキシャル成長方法とそのための InP 基板

(57) 【要約】

【目的】 (100) 面に近い面方位の InP 基板の上に化合物半導体薄膜を成長させると、薄膜の上にヒロックが発生する。ヒロックを抑えるために基板面を (100) からずらすということが行なわれる。しかし (100) 面からの傾斜角 θ のみがヒロック発生の様子を決定めるのではない。隠れた変数が存在する。隠れた変数を探し出し、最小の傾斜角によってインゴットを切断することができるようにすることが目的である。

【構成】 薄膜上にヒロックを引き起こすものは基板自身の欠陥である。欠陥のないところにヒロックは生じない。結晶面からの傾斜角は基板の欠陥を薄膜に伝達しないようにする作用がある。ヒロックを抑制するために、欠陥密度が小さい場合は傾斜角も小さくてよい。欠陥密度が大きい場合は傾斜角をかなり大きくする必要がある。ヒロックを抑制するためには、(100) 面からの傾斜角 θ は、 $\theta \geq 1 \times 10^{-3} D^{1/2}$ あるいは $\theta \geq 1.26 \times 10^{-3} D^{1/2}$ であれば良い。D は基板の欠陥密度である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 InP基板の上に、化合物半導体の薄膜を気相エピタキシャル成長させる際に、InP基板の欠陥密度をDとして、(100)からの傾き角 θ が、 $\theta \geq 1 \times 10^{-3} D^{1/2}$ を満足する基板を使用することを特徴とする化合物半導体エピタキシャル成長方法。

【請求項2】 InP基板の上に、化合物半導体の薄膜を気相エピタキシャル成長させる際に、InP基板の欠陥密度をDとして、(100)からの傾き角 θ が、 $\theta \geq 1.26 \times 10^{-3} D^{1/2}$ を満足する基板を使用することを特徴とする化合物半導体エピタキシャル成長方法。

【請求項3】 面上の欠陥密度をDとして、(100)からの傾き角 θ が、 $\theta \geq 1 \times 10^{-3} D^{1/2}$ であって、その上に化合物半導体薄膜を気相エピタキシャル成長させるためのInP基板。

【請求項4】 面上の欠陥密度をDとして、(100)からの傾き角 θ が、 $\theta \geq 1.26 \times 10^{-3} D^{1/2}$ であって、その上に化合物半導体薄膜を気相エピタキシャル成長させるためのInP基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、化合物半導体の基板の上に化合物半導体の薄膜を気相エピタキシャル成長させる際に発生するヒロックを低減することを目的とする。化合物半導体基板としては、GaAs、InPなどの基板が用いられる。この上に同じ成分の薄膜や、異なる成分の薄膜をエピタキシャル成長させる際に、気相エピタキシャル法がよく用いられる。気相エピタキシャル法には、MOCVD（有機金属気相エピタキシー）、MBE（分子線エピタキシー）、クロライドCVD、ハラ

【0002】

【従来の技術】従来の気相エピタキシャル成長、特にOMVPE成長においては、成長後のエピタキシャル成長層表面にヒロックと呼ばれる凸状の欠陥が生じるという問題があった。ヒロックを低減するために従来から、基板面方位、成長速度、成長温度などと欠陥の関係が調べられ考察されてきた。

【0003】例えば特開平2-239188号は、気相エピタキシャル成長において発生するグロースピラミッドやファセットディフェクトと呼ばれる表面欠陥を問題にする。この欠陥の発生を抑えるために従来はオフアングル法が用いられると述べている。オフアングル法は(100)面から $1^\circ \sim 7^\circ$ 傾けた面を持つウエハの上に薄膜をエピタキシャル成長するという方法である。しかし半導体レーザのように表面にグレーティングを作る必要のある素子を作るにはオフアングルのウエハを使うことができない。(100)ジャストのウエハが必要である。

【0004】しかしこのウエハでも、欠陥ができるものとできないものがあると説明し、傾きが 0.1° 以下のものは欠陥が顕著に発生することを発見している。そこで、特開平2-239188号は、(100)面から $0.1^\circ \sim 0.5^\circ$ 傾いた面を持つウエハを用いて、基板温度を $600^\circ\text{C} \sim 700^\circ\text{C}$ にして気相エピタキシャル成長させることを提案している。

【0005】特開平5-301795号は、化合物半導体の気相エピタキシャル成長の際に表面に発生する涙状の欠陥を減らすことを問題にする。ウエハの(100)からの傾き角 θ と、成長速度V、基板温度Tの間に次のような不等式を与える。

$$0.011V^{1/5} + 6.21 \times 10^{20} T^{-1/5} \leq \theta \leq 0.20$$

この範囲で成長させると涙状の欠陥が減少すると述べている。成長速度が速いと、基板温度を上げる必要があり、反対に成長速度が遅いと基板温度を下げる必要がある。この不等式の意味するのはそのようなことである。速度の1.5乗とか、温度の-7.5乗というべき数が、

【0006】特開昭64-32686号は、InGaAsのアバランシェホトダイオードを作製する時にハライド成長法を用いるが、(100)から $\pm 0.1^\circ$ 以内の傾きであるInPウエハを基板とすると、ヒロックが多量に発生し、ウエハの面内で、アバランシェ層の膜厚がばらつくという問題があると述べている。そこで(100)面から $0.2^\circ \sim 0.5^\circ$ 傾いたInPウエハを用いて、この上に光吸収層、アバランシェ層をエピタキシャル成長させることを提案している。これによりヒロックが発生しなくなったと言う。

【0007】特開昭64-22072号はInPのPINホトダイオードをハライド気相成長法によって製作する時にウインド層や、バッファ層の膜厚分布ができて、pn接合の位置がばらつくということを述べている。そこで(100)から $0.2^\circ \sim 0.5^\circ$ 傾いたInP基板を用いて、この上にバッファ層、光吸収層をハライド気相成長させている。これにより膜厚分布が減少し、製品歩留まりが向上したとある。

【0008】特開昭64-15914号は、InP基板の上にInGaAsPの薄膜などをハライド法によりエピタキシャル成長し、受光素子とする場合に、(100) $\pm 0.1^\circ$ のInPウエハを用いると、ヒロックを発生するので膜厚制御が難しくなると問題を指摘している。そこで、(100)から $0.1^\circ \sim 0.5^\circ$ 傾いたInPウエハを採用し、この上にハライド法によりInGaAsPの多層構造を成長させる。膜厚の均一性が改善されたとある。

【0009】特開平1-270599号は、(100)InP基板の上にMBE法でダブルヘテロ構造を形成した場合、PL（フォトルミネッセンス）発光強度が弱

く、この方法で作った半導体レーザは閾値電流が高いという問題を指摘する。そこで、(111) B面から0.5°~2°の傾きを持つInP基板を用いてダブルヘテロ構造をMBE法で作製することを提案している。これは(100)方向のウエハを採用せずに(111)ウエハを用いる。この方法で作られた半導体レーザは閾値電流が低減されたと述べている。

【0010】特公平4-73610号は、量子井戸レーザや二次元電子ガスを用いた高速FETを作製する時に、(111) B面から0.1°~1°傾いたGaAs基板を用いて、MBE法により薄膜をエピタキシャル成長させることを提案している。GaAs基板の(111)からの傾きがこの範囲であると、エピタキシャル層は鏡面になりPL(フォトルミネッセンス)強度も大きいという。(001)ウエハよりも優れていると判断している。

【0011】特開昭62-88318号は、やはり、(111) B面より0.1°~1°の範囲で傾いたGaAs基板を用いてMBEによるエピタキシャル成長を行っている。(001)面ウエハを使った場合よりもPL強度が大きいということを述べている。特開平3-16993号は、(100) GaAs基板上に気相成長させたエピタキシャル層にクロスハッチと呼ばれる縞模様があるので表面があるということを問題にする。これを解決するために、(100)面から0.5°~10°傾いたウエハを用いるという。

【0012】特開平2-288223号は(100) GaAs基板にAlGaAsをMBEで成長させるHEMTを作製する時に微小な米粒状の欠陥が発生することを問題にしている。これは(100)面からのずれによって発生する欠陥であり、基板の(100)面からのずれが0.15°以内、望ましくは0.05°以内にしなければならぬというものである。これまで挙げてきたものと反対のことを述べている。

【0013】特開平1-128423号は、MBE又はMO-MBEによりGaAs基板の上にアルミニウムを含む薄膜を成長させる際に結晶の表面が粗面化するので、基板の面方位を主平面から0.5°~10°の範囲で傾けたものを使用している。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】このように、結晶表面が粗面化するのを防ぐためにInP基板の面を(100)面から僅かにずらせるということがなされる。角度の範囲としては様々のものである。これらは何れも薄膜に現われる面の荒れを無くすために、基板面を基準面(100)から傾けている。

【0015】これらは薄膜の結晶面からの傾きだけを考慮しており、基板と薄膜の間の記憶については考察がなされていない。基板はエピタキシャル成長させる時に薄膜を結晶軸から傾けるためのものと考えられている。オ

フアングルの基板を使うのは、薄膜の方位をオフアングルするためである。またこれらの提案は基板の性質とヒロック発生との関係について述べるところがない。本発明者は、同じ傾き角で切り出した基板であっても、その面に表れるヒロックの発生密度が著しく異なるということに気付いた。

【0016】(100)に対する基板の傾斜角 θ は同じであるが、あるものはヒロックの密度が高く、あるものはヒロックの密度が低い。これまで述べた従来技術は、(100)面から傾斜角 θ を規定し、これによりエピタキシャル膜の粗面化を一樣に防ぐことができるように説明している。

【0017】しかし本発明者の意見ではそうではない。傾斜角 θ が同じ基板を使っても、ヒロックの発生の様子は随分と違う。基板の基準面からの傾斜角 θ のみがヒロック発生を左右するパラメータではない。そうではなくてヒロックは傾斜角以外の要素により発生したりしなかったりするのである。ある基板については傾斜角が小さいに拘らずヒロック発生密度が低い。またある基板については傾斜角が大きいのにヒロック発生密度が高い。これはどうした訳であろうか？隠れたパラメータがある筈である。ヒロックを引き起こす原因を明らかにし、基板の傾斜角 θ を適切に決定できるようにした化合物半導体エピタキシャル成長法を提供することが本発明の目的である。

【0018】

【課題を解決するための手段】本発明は基板自身の欠陥密度に注目する。本発明者は基板の欠陥密度(EPD)がその上に成長する薄膜のヒロックの発生密度を左右するという事を見いだした。隠れたパラメータは基板自身の欠陥密度だったのである。基板の傾斜角と、欠陥密度がヒロックの密度を決定する二大要素である。これを本発明者が初めて見い出した。

【0019】そこでヒロック発生を防ぐために、本発明は基板の欠陥密度により基板の傾斜角 θ を変えるようにする。基板の欠陥密度が小さい時は傾き角が小さくても差し支えない。しかし欠陥密度が大きい時は傾き角をより大きくする必要がある。つまり、ヒロックの発生を避けるための最小傾斜角を基板欠陥密度の関数として与えることができる。

【0020】本発明者はInP基板にInP薄膜をエピタキシャル成長するとき次のような性質のある事を見いだした。基板の平均EPDが25000cm⁻²の場合、(100)からの傾き角 θ が0.2°以上であればヒロックは殆ど発生しない。基板の平均EPDが30000cm⁻²の場合は θ が0.07°以上であればヒロックが発生しない。EPDが10000cm⁻²の場合は、0.04°以上であればヒロックが生じない。このようにヒロックが発生しない最大の基板傾き角 θ は、基板の欠陥密度に依存して変化する。

【0021】つまり基板の基準面(100)からの傾き角 Θ を、 $\Theta \geq 1.26 \times 10^{-3} D^{1/2}$ とする。ここで、 D はEPD(cm^{-2})であり、 Θ は角度($^{\circ}$)で表現している。ただし基板欠陥密度は平均値である。欠陥(転位)は基板面上でばらついており、高い有効数字で表現しても意味の無いこともある。有効数字が少ない場合は、比例定数の上一桁を取る。傾き角 Θ を $\Theta \geq 1 \times 10^{-3} D^{1/2}$ によって与える。この方が的確である。

【0022】

【作用】本発明者は、初めて基板の欠陥と、ヒロックの発生について相関のあることに気付いた。基板の欠陥が多いと、ヒロックの発生頻度が高い。基板の欠陥が少ないとヒロックの発生頻度が低い。基板をインゴットから切り出す時に、(100)からの傾斜 Θ を適当に決めて切り出すが、ヒロックが発生しない最低の傾き角 Θ_{\min} が実は基板の欠陥密度に依存するのである。依存の関係は先述のように $\Theta \geq 1.26 \times 10^{-3} D^{1/2}$ (或いは $\Theta \geq 1 \times 10^{-3} D^{1/2}$)によって表現することができる。

【0023】ヒロックを発生させないようにするため、基板の欠陥密度が低いと傾斜角 Θ が小さくても良い。基板の欠陥密度が高いと、傾斜角 Θ が大きい必要がある。このように傾斜角 Θ が実は基板の欠陥密度の多少によるのである。インゴットから切り出してウエハーにし、エッチング、研磨してミラーウエハーにするのであるから、切り出した後で、欠陥密度が分かる。だから、欠陥密度によって最適の切り出し角度を決定するという順序にはならない。しかし、インゴットの一部を切り出しただけでも欠陥密度の大体の値は分かる。この値により傾き角 Θ を規定してもよい。

【0024】

【実施例】(100)からある角度 Θ だけ傾いたInPウエハーの上に、OMVPE法により、InP/InGaAs/InP層よりなる薄膜を成長させた。基板の傾き角 Θ は $0^{\circ} \sim 0.2^{\circ}$ である。基板の温度は873K、成長速度は $1.0 \mu\text{m/hr}$ である。そして最上層のInP薄膜に現われたヒロックの数を数えて、基板の欠陥との相関を調べた。平均欠陥密度が 25000 cm^{-2} 、 3000 cm^{-2} 、 1000 cm^{-2} の場合について(100)からの基板の傾き角 Θ と、ヒロックの密度Hの関係を図1に表した。これが図1である。

【0025】平均EPDが 1000 cm^{-2} の場合、基板の傾斜角が $\Theta=0$ ではヒロック密度が 1000 cm^{-2} である。傾斜角 Θ を増やすとヒロック密度も減る。 $\Theta=0.03^{\circ}$ でヒロックは 100 cm^{-2} 程度になる。バラツキがあるが、 $\Theta=0.04^{\circ}$ でヒロック密度は0に低下する。平均EPDが 3000 cm^{-2} の場合は、 $\Theta=0^{\circ}$ で 3000 cm^{-2} の程度である。 $\Theta=0.04^{\circ}$ では 1000 cm^{-2} 程度に減る。 $\Theta=0.06^{\circ}$ では 300 cm^{-2} 程度に減る。 $\Theta=0.07^{\circ}$ ではヒロック密度

が0になる。

【0026】平均EPDが 25000 cm^{-2} の場合は、 $\Theta=0$ 度でヒロック密度が 25000 cm^{-2} の程度である。 $\Theta=0.04^{\circ}$ でもヒロック密度が 25000 cm^{-2} の程度である。 0.07° で約 1000 cm^{-2} である。 $\Theta=0.20^{\circ}$ の時に初めてヒロック密度が0に低下する。この実験の条件は、速度が $1.0 \mu\text{m/hr}$ で温度が $T=873 \text{ K}$ (600°C)である。しかし温度は $450^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ の範囲、成長速度は $0.05 \mu\text{m/hr} \sim 20 \mu\text{m/hr}$ の範囲でこのような関係がある。

【0027】さて基板の欠陥と、ヒロックの関係であるが、これについては驚くべきことが分かった。図2は、Feドープ(100)ジャストInP基板にInP/InGaAsP/InP層をOMVPE法により成長させたものの最上層のInP層のノマルスキー顕微鏡写真図である。倍率は約100倍である。楕円形状の欠陥が見える。これがヒロックである。

【0028】図3は同じ試料においてエピタキシャル成長層InP/InGaAs/InPを除去し、露呈したInP基板をHuberエッチングした面のノマルスキー顕微鏡写真である。倍率は100倍である。この結晶の縦方向の層構造を示す断面図を、図2と図3の上に示す。図2、図3の矢印はそれぞれノマルスキー顕微鏡観察を行った位置を示している。

【0029】図2のヒロックの発生位置と、図3の基板の欠陥の位置が1:1に対応しているということが分かる。してみれば、傾きのない基板($\Theta=0$)では、基板の欠陥(転位)の上にヒロックが成長するのである。基板の転位がヒロックを発生する引き金になっている。 $\Theta=0$ の場合は、全ての欠陥の上にヒロックが発生している。基板の欠陥が薄膜に転写されると表現することができよう。欠陥を転写したものが薄膜のヒロックなのである。

【0030】図1のグラフでもよく分かるように $\Theta=0$ の極限で、いずれの場合も、ヒロックの密度Hが、基板欠陥密度EPDにほぼ等しくなっている。これは、薄膜の上下の欠陥(転位)とヒロックの1:1対応によるものである。欠陥が転写されてヒロックとなるのである。ところが基板の面方位が(100)からずれると、基板の欠陥密度が全て薄膜に転写されなくなる。基板の(100)面からのずれ、つまり傾斜角が基板面の欠陥密度の記憶を失わせるようである。もともと基板の欠陥密度が小さいと、小さい傾斜角でも欠陥密度の記憶を失ってしまう。基板の欠陥密度が大きいと傾斜角を余程大きくしないと欠陥密度の記憶を断ち切ることができない。

【0031】しかしいずれにしても、基板の欠陥が薄膜のヒロックを作り出すのである。欠陥のないところには、薄膜にヒロックがほとんど発生しない。基板の(100)からの傾斜角は、基板欠陥密度の幾つかを覆い隠す作用がある。欠陥の転写を妨げるものが傾斜角 Θ であ

る。それではどうしてこのように、ヒロックと、基板の(100)からの傾斜角 Θ と、欠陥密度が関係しているのか？この理由が分からなければ発明として完結しないのである。

【0032】これは次のように考えられる。OMVPEによって基板の上に薄膜を成長させるのであるから、基板の上に着地した原子は、そのまま結晶構造に取り込まれるか、或はそこから移動してポテンシャルの低い場所に移り、ここで結晶構造に組み込まれるかである。図4にこのようなポテンシャル図を示す。トラップのエネルギーをEとすると、これが熱運動のエネルギー kT より大きければ、原子が再び外部に放出される確率は低い。原子はここで固化して結晶を構成するようになる。

【0033】基板の(100)からの傾斜角 Θ があることで、基板の表面は平行の段々形状になる。これをテラスという。図5に示す。テラスは構造の特異点であるからここでエネルギーが低く、原子を捕獲(トラップ)することができる。また、転位も構造の欠陥でありエネルギーが低いので原子を捕獲できる。格子定数を a とする。テラスの面が(100)面になるから、テラスの1段の幅 L は $L = a / \Theta$ によって与えられる。段は直線になり相互に平行である。段と段の間隔が L である。段の高さは格子定数 a である。

【0034】テラスの段の部分はエネルギーが低いので、原子を捕獲して固化する作用がある。平坦な部分はエネルギーが下がらないので原子を捕獲しにくい。結局、転位とテラス段部において原子が捕らえられる。転位に捕まった原子はここで局在し、ここで格子に取り込まれる。これがヒロックになると、本発明者は考える。図2と図3によって説明したように基板自身の転位を転

写したものがヒロックであることが分かった。だから転位の上に異常成長したものがヒロックである筈である。【0035】一方、テラスの段部に捕まった原子はここに付いてエピタキシャル膜を形成する。テラスの段に1列の原子が付くと、テラスが1原子分だけ前進する。つまりテラスの段における成長は正常成長である。(100)面からの傾きが小さい時はテラスの段の数が少ない。従って原子はテラス段によって捕まえられる機会が少ない。原子の多くは転位に捕捉されて転位からヒロックを成長させるものと考えられる。だから Θ が小さい時はヒロック密度が高いのである。

【0036】(100)面からの傾きが大きくなると、テラスの段の数が増える。このときテラス段部によって捕まえられる原子の比率が増大する。反対に転位に集まる原子数が減る。このため、一様なテラス段からの正常成長が主となり、転位上の異常成長すなわちヒロックの発生を抑えることができるのである。

【0037】原子が最近接の転位に行くまでの距離は転位の密度 D の平方根の逆数 $D^{-1/2}$ によって評価することができる。また原子が最近接のテラス段に行き着くまで

の距離は a / Θ によって評価することができる。気相から基板または薄膜の上に供給された原子はより近い方の特異点(段、転位)に捕獲されるので、 Θ が小さい時は専ら転位に集まる。そしてヒロックを大量に生成する。 Θ が大きいとテラス段に集まり原子は正常成長に寄与する。転位には集まらないのでヒロックが発生しない。

【0038】いずれの場合が優越するか？ということはいずれも比例定数を含んで考えなければならない。すると臨界角として、 $\Theta_c = K D^{1/2}$ が存在するはずである。 Θ がこれより大きいとテラス段による正常成長のみとなり、ヒロックが生じない。 Θ がこれより小さい時には基板の転位の位置に対応してヒロックが発生し得る。

【0039】そして本発明者の測定では、転位密度 D が 1000 cm^{-2} の時に、 $\Theta = 0.04^\circ$ 以上、 3000 cm^{-2} の時に $\Theta = 0.07^\circ$ 以上、 25000 cm^{-2} の時に $\Theta = 0.2$ 以上であると、ヒロックが発生しないことが分かっている。これらの値から、 $K = 1.26 \times 10^{-3} (\text{deg} \cdot \text{cm})$ と計算される。転位密度についてはばらつきと測定誤差があるので、多くの有効数字を得られない場合が多い。この場合は $K = 10^{-3} (\text{deg} \cdot \text{cm})$ とする。

【0040】結局、転位とテラス段の引き合いにより、供給原子がいずれに引き寄せられるかということである。テラス段にある原子の個数を R とし、転位にある原子の個数を N とする。基板または薄膜の上に単位時間に供給される原子個数を F とする。基板薄膜の上であって単位時間にテラス段に移動する確率を α とする。テラス段であって単位時間に固定化して行く確率を β とする。基板薄膜の上であって単位時間に転位に移動する確率を γ とし、転位であって単位時間に固定化して行く確率を δ とする。すると、これらの間に次の関係が成立する。

【0041】

$$dR/dt = \alpha F - \beta R \quad (1)$$

$$dN/dt = \gamma F - \delta N \quad (2)$$

【0042】 F はガスの供給速度であり、これは一定であるとみなすことができる。テラス段に原子が捕獲される確率 α は、テラスの存在する確率に比例するので、 $\alpha = h \Theta$ (3)

【0043】と書くことができる。テラス段に捕獲されている原子が、固定化する確率はテラス段のポテンシャルの差と、温度による。しかしこれはテラス段の数に殆どよらない筈である。転位に捕獲される確率 γ は、薄膜基板の上に落ちた原子の最近接の転位までの距離に比例すると考える。すると、これは $D^{1/2}$ に比例する筈である。

【0044】

$$\gamma = k D^{1/2} \quad (4)$$

δ は転位において原子が固定化される確率であるから転位の数にはよらない。これは転位のトラップのエネルギー

一と温度による。Fが一定という条件と、 $t=0$ において、これらの値が0であるという初期条件によって前記

$$R = (\alpha F / \beta) \{1 - \exp(-\beta t)\} \quad (5)$$

$$N = (\gamma F / \delta) \{1 - \exp(-\delta t)\} \quad (6)$$

【0046】単位時間にテラス段の原子が β の確率で固化するので、成長開始後時間 t でのテラス段に固化する原子数は、 R に β を掛けた βR を時間 t で積分したものである。同様に転位に固化する原子数は、 N に δ を掛けた δN を時間 t によって積分したものによって与えられる。指数による変化は短い間のものであるから、テラスに積み重なる原子数は、ほぼ $\alpha t F$ になる。転位に固化する原子数は、ほぼ $\gamma t F$ になる。

【0047】転位上に成長する原子がヒロックを形成するという本発明者の発見に従うと、ヒロックを形成する原子数は $\gamma t F$ である。テラスの段で固化する原子は正常な結晶成長に対応する。これは $\alpha t F$ である。ヒロックの無い薄膜を形成するには、 $\alpha t F$ が、 $\gamma t F$ よりもずっと大きければ良い。つまり α が γ より格段に大きければ良いである。

$$\text{【0048】} \quad h\Theta >> kD^{1/2} \quad (7)$$

【0049】つまりヒロックができないために、 $\Theta >> (k/h) D^{1/2}$ であることが要求される。それで、ヒロックの発生しない条件は、転位密度 D の平方根に比例する値以上に Θ を設定するということになる。前述の実験結果から、 $\Theta \geq 1 \times 10^{-3} D^{1/2}$ と書くことができる。あるいは $\Theta \geq (D/10^6)^{1/2}$ となる。

【0050】これらの考察は、基板の転位に原子が捕獲され固化してヒロックになるという図2、図3の発見に対応するもので、基板の転位密度が、ヒロックの発生しないための傾き角 Θ_c を決めるということを定性的に説明することができる。しかしながら、これら確率論的な考察は、 Θ の1乗に比例する依存性しか得られない。図1のようなヒロック密度の Θ への急峻な依存性を説明できない。さらにまた、テラスと転位の引き合いという説は尤もらしいが、実は定量的におかしい点があるように思える。

【0051】例えば、格子定数 a を 0.5 nm と仮定する。 (100) 面からの傾き角 Θ が、例えば 0.1° と仮定する。テラスの幅は約 300 nm である。一方転

$$dR/dt = \alpha F - \beta R + \varepsilon N \quad (8)$$

$$dN/dt = \gamma F - \delta N + \eta R \quad (9)$$

が成り立つ。これは時間と共に変動する部分もあるが、すぐに一定値に達する平衡値である。これは

$$R = (\alpha \delta + \gamma \varepsilon) / \Delta \quad (10)$$

$$N = (\beta \gamma + \eta \alpha) / \Delta \quad (11)$$

【0057】

$$\Delta = \beta \delta - \varepsilon \eta \quad (12)$$

というふうに求められる。転位からテラス段への移動 ε 、テラス段から転位への移動 η は、そこでそのまま固

の方程式を解く。

【0045】

位密度を 25000 cm^{-2} とすると、平均の転位間隔は、約 $60 \mu\text{m}$ である。このように大量の転位がある場合でも、転位の間隔はテラス段の間隔の約200倍である。転位の中間に落ちた原子は平均100段のテラスを登り降りしてやっと最近接の転位に到達できる。つまりテラスの数が多いのに比べて転位が少なすぎるのである。

【0052】 $D = 25000 \text{ cm}^{-2}$ の場合の、 $\Theta = 0.09^\circ$ の当たりの急激なヒロック密度の降下はどうして起こるのか？ $D = 3000 \text{ cm}^{-2}$ の場合の $\Theta = 0.06^\circ$ での降下はどうしてか？前記の説明では、このような非線形を説明できない。 $D = 1000 \text{ cm}^{-2}$ の場合の $\Theta = 0.03^\circ$ の当たりの急激な降下は何故起こるか？実際に、図2、図3を観察すると、一つの転位は直径 $50 \mu\text{m}$ 程度の範囲にわたって影響を及ぼす。テラスが $0.3 \mu\text{m}$ の間隔でできたとしても、転位の影響はテラスの100段以上に及ぶ大きさを持つ。一つの転位がテラスの段を広範囲に渡ってそのエネルギーポテンシャルに対し影響を及ぼすのである。

【0053】そこで、 βR はテラスの段に取り込まれる原子というのではなくて、テラスの高さを意味するものとする。テラス段に取り込まれる原子の数と高さは比例するので、このような仮定は問題ない。同様に δN は転位の上に形成されるヒロックの高さを意味するものとする。先程は δN を転位に取り込まれる原子数としているから転位の面積で割って、面密度を掛けると高さになる。線形の方程式であるから、定数を掛けても同様に成立するのである。

【0054】また転位はテラスに比べると巨大な異型物であるから、転位に落ちた原子がテラス段に戻ることもあろう。この確率を ε とする。反対にテラス段に落ちた原子が転位に移動することもある。この確率を η とする。すると、単位時間にテラス段に捕獲される原子数 R と、単位時間に転位に捕獲された原子数 N に対して、

【0055】

【0056】

化する原子数よりも小さいので Δ は正である。

【0058】テラスの高さ H は $\beta R t$ であるので $(\beta$

Rを時間で積分したものであるがすぐに平衡値に達する (7) ので $\beta R t$ である。) (13)

$$H1 = \beta (\alpha \delta + \gamma \varepsilon) t / \Delta \quad (13)$$

【0059】転位の高さ $H2$ は $\delta N t$ であるから、

$$H2 = \delta (\beta \gamma + \eta \alpha) t / \Delta \quad (14)$$

【0060】となる。もしも転位の高さがテラスより高いとすると、ヒロックがいくらでも成長してゆくということである。反対に転位の高さがテラスよりも低いとすると、ヒロックは短い時間の間に覆い尽くされ埋まって

しまうということである。つまり $H1$ と $H2$ の大小関係により、ヒロックの成長、消滅が決まるということになる。 $H1$ と $H2$ の差を Q とすると

【0061】

$$Q = H1 - H2 = \{\beta \delta (\alpha - \gamma) + \beta \gamma \varepsilon - \eta \alpha \delta\} t / \Delta \quad (15)$$

【0062】これの正負により、決定的に異なる層構造ができる。 Q が正であれば、テラスの高さの方が速く伸びるので、転位は消えてしまう。これは括弧の中の正負による。括弧の中が正であると、転位が消えるということである。 ε や η は小さいので、主になるのは $(\alpha - \gamma)$ である。これが正になるのは、 $\alpha = h \Theta$ 、 $\gamma = k D^{1/2}$ であるから、 $\Theta > (k/h) D^{1/2}$ の時である。ただし定数 k 、 h の値は前述のものと異なる。

【0063】反対に Q が負であれば、転位の成長の方がテラスの成長よりも速いので、転位と同じ形状分布の構造物が薄膜の上に永久に残って行く。つまりヒロックが残るのである。これは $\Theta < (k/h) D^{1/2}$ の時である。

【0064】このような関係は、図1における非常に狭い遷移領域をうまく説明することができる。 D が何れであって $\Theta = 0$ ではヒロックの密度 H は殆ど $H = D$ である。しかしある傾斜角から先で突然に $H = 0$ に落ちてしまう。この急激な遷移は、前記の Q の正負の切り替わりによって突然に起こるのである。

【0065】例えば $D = 25000 \text{ cm}^{-2}$ の時には、 $\Theta = 0.06^\circ$ で10000個の程度であるが、 $\Theta = 0.07^\circ$ で1000個に減り、 $\Theta = 0.10^\circ$ で40個に減ってしまう。このような急激な転換は前記の Q の正負の変化によって引き起こされる。 Θ が 0.07° からテラス成長速度の方が、転位成長速度より僅かに速くなる。速度の差は僅かでも、テラス成長が転位成長を覆い尽くすことができるからヒロックが隠れてしまうのである。ヒロックの発生活滅の急激な変遷は Q の正負の変化により巧妙に説明できる。

【0066】しかし、ヒロックが完全に0になるには、 Θ は $(k/h) D^{1/2}$ よりも大きくなければならない。 $D = 25000 \text{ cm}^{-2}$ に対する 0.20° 、 $D = 3000 \text{ cm}^{-2}$ に対する 0.07° 、 $D = 1000$ に対する 0.04° は $(k/h) D^{1/2}$ よりも大きい値である。

【0067】

【発明の効果】従来から(100)面より微小角傾けた

10 結晶面を表面に持つ化合物半導体基板を用いて化合物半導体薄膜をエピタキシャル成長させると、面の荒れが少なくなるということは知られており、(100)面より少し傾いた面のウエハーを使って半導体レーザを製造するということが行なわれている。しかし基板自体の欠陥がその上に成長させた薄膜にどのような影響を及ぼすのか、従来全く気付かれていなかった。

【0068】本発明は基板の欠陥とヒロックの生成には強い相関のあることを、初めて明らかにしている。欠陥が少ない基板の場合は、ヒロックを抑制するために傾き角 Θ をさほど大きくする必要がない。逆に欠陥の多い基板の場合は傾斜角 Θ を大きくする必要がある。

【0069】本発明によって初めて、ウエハーをインゴットから切り出す場合の傾斜角 Θ の正確な設計が可能になる。何らかの手段でインゴットの段階で欠陥密度を測定し、欠陥密度を知って、最小限必要な傾斜角 Θ を求める。これ以上の傾斜角でインゴットを切断する。デバイスを作製する場合は、(100)面に近い方が良いのであるから、欠陥密度が許す限りの小さい傾斜角 Θ で切断するようにすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】InP基板の上に、InP/InGaAs/InP膜を成長させた時の、基板の欠陥密度をパラメータとして、基板傾き角 Θ と、ヒロック発生密度の関係を示すグラフ。

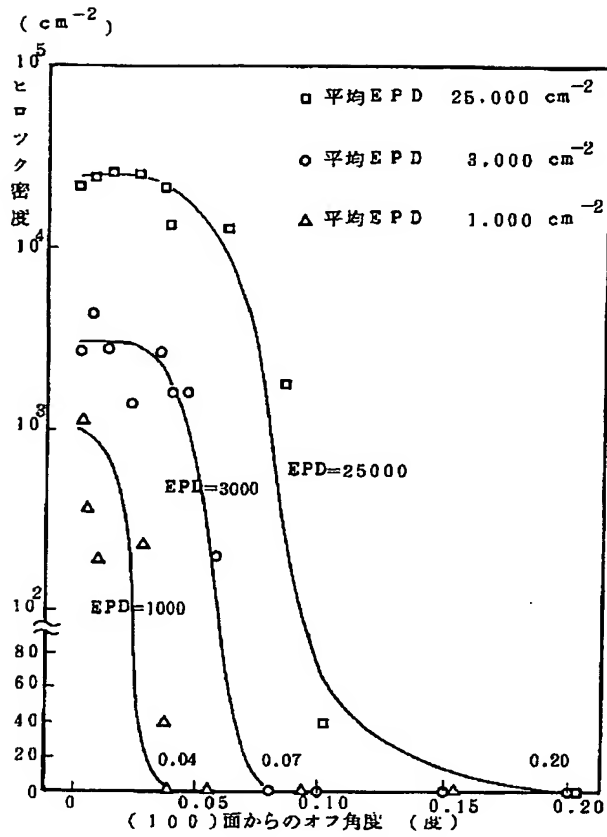
【図2】同じ実験において得られたエピタキシャル成長の最上層であるInP層の表面のノマルスキ、顕微鏡写真。

【図3】図2の試料において、エピタキシャル層を除去し、基板を露呈しこれをHuberエッチングした面のノマルスキ、顕微鏡写真。

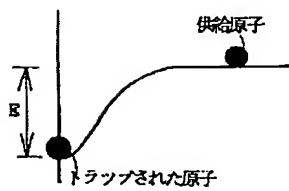
【図4】トラップにおける原子のエネルギー状態を示すバンド図。

【図5】原子がテラスに落ちたとき、テラス段に向かうか転位に向かうかを説明するテラスの斜視図。

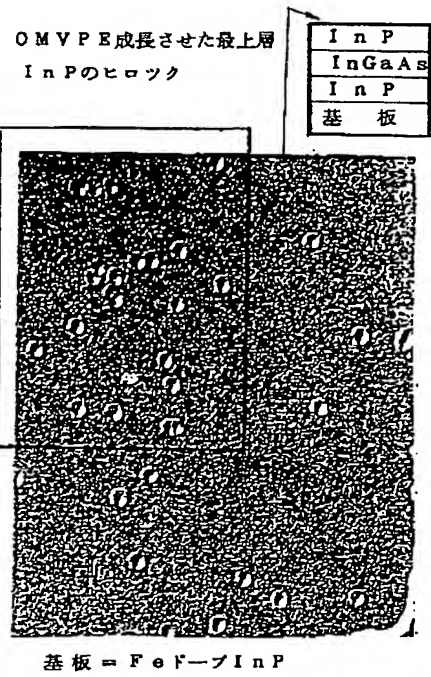
【図 1】



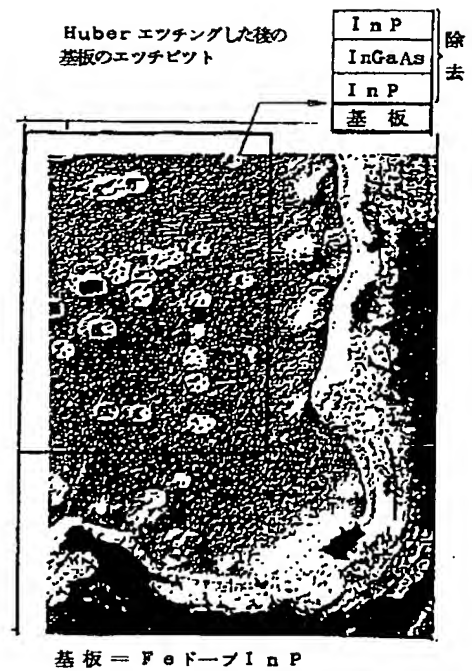
【図 4】



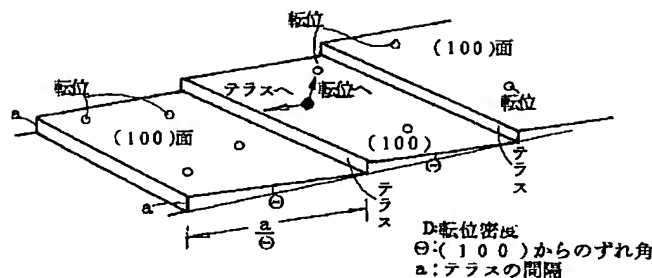
【図 2】



【図 3】



【図 5】



【手続補正書】

【提出日】平成 7 年 8 月 2 9 日

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正内容】

【0020】本発明者は InP 基板に InP 薄膜をエピタキシャル成長するとき次のような性質のあることを見いだした。基板の平均 EPD が 25000 cm^{-2} の場合、 (100) からの傾き角 Θ が 0.2° 以上であればヒロックは殆ど発生しない。基板の平均 EPD が 3000 cm^{-2} の場合は Θ が 0.07° 以上であればヒロックが発生しない。EPD が 1000 cm^{-2} の場合は、 0.04° 以上であればヒロックが生じない。このようにヒロックが発生しない最小の基板傾き角 Θ は、基板の欠陥密度に依存して変化する。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0025

【補正方法】変更

【補正内容】

【0025】平均 EPD が 1000 cm^{-2} の場合、基板の傾斜角が $\Theta=0$ ではヒロック密度が 1000 cm^{-2} である。傾斜角 Θ を増やすとヒロック密度も減る。 $\Theta=0.03^\circ$ でヒロックは 100 cm^{-2} 程度になる。バラツキがある、 $\Theta=0.04^\circ$ でヒロック密度は 0 に低下する。平均 EPD が 3000 cm^{-2} の場合は、 $\Theta=0^\circ$ で 3000 cm^{-2} の程度である。 $\Theta=0.04^\circ$ では 1000 cm^{-2} 程度に減る。 $\Theta=0.06^\circ$ では 300 cm^{-2} 程度に減る。 $\Theta=0.07^\circ$ ではヒロック密度が 0 になる。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】さて基板の欠陥と、ヒロックの関係であるが、これについては驚くべきことが分かった。図 2 は、Fe ドープ (100) ジャスト InP 基板に InP/InGaAs/InP 層を OMVPE 法により成長させたものの最上層の InP 層のノマルスキー顕微鏡写真図である。倍率は約 100 倍である。楕円形状の欠陥が見える。これがヒロックである。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0039

【補正方法】変更

【補正内容】

【0039】そして本発明者の測定では、転位密度 D が 1000 cm^{-2} の時に、 $\Theta=0.04^\circ$ 以上、 3000 cm^{-2} の時に $\Theta=0.07^\circ$ 以上、 25000 cm^{-2} の時に $\Theta=0.2^\circ$ 以上であると、ヒロックが発生しないことが分かっている。これらの値から、 $K=1.26 \times 10^{-3} (\text{deg} \cdot \text{cm})$ と計算される。転位密度についてはばらつきと測定誤差があるので、多くの有効数字を得られない場合が多い。この場合は $K=10^{-3} (\text{deg} \cdot \text{cm})$ とする。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】変更

【補正内容】

【0043】と書くことができる。テラス段に捕獲されている原子が、固定化する確率はテラス段のポテンシャルの差と、温度による。しかしこれはテラス段の数に殆どよらない筈である。転位に捕獲される確率 γ は、薄膜基板の上に落ちた原子の最近接の転位までの距離に反比例すると考える。すると、これは $D^{1/2}$ に比例する筈である。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正内容】

【補正対象項目名】0056

【0056】

【補正方法】変更

$$R = (\alpha \delta + \gamma \varepsilon) F / \Delta \quad (10)$$

$$N = (\beta \gamma + \eta \alpha) F / \Delta \quad (11)$$

【手続補正7】

【補正内容】

【補正対象書類名】明細書

【0058】テラスの高さH1は $\beta R t$ であるので（ βR を時間で積分したものであるがすぐに平衡値に達するので $\beta R t$ である。）

【補正対象項目名】0058

【補正方法】変更

$$H1 = \beta (\alpha \delta + \gamma \varepsilon) F t / \Delta \quad (13)$$

【手続補正8】

【補正方法】変更

【補正対象書類名】明細書

【補正内容】

【補正対象項目名】0059

【0059】転位の高さH2は $\delta N t$ であるから、

$$H2 = \delta (\beta \gamma + \eta \alpha) F t / \Delta \quad (14)$$

【手続補正9】

【補正方法】変更

【補正対象書類名】明細書

【補正内容】

【補正対象項目名】0061

【0061】

$$Q = H1 - H2 = \{ \beta \delta (\alpha - \gamma) + \beta \gamma \varepsilon - \eta \alpha \delta \} F t / \Delta \quad (15)$$